

## Increasing the particle size of polymers

Publication number: JP7509131T

Publication date: 1995-10-12

Inventor:

Applicant:

Classification:

- International: C08J3/12; C12P7/62; C08J3/12; C12P7/62; (IPC1-7): C12P7/62; C08G63/89; C08J3/16; C08L67/00

- european: C08J3/12; C12P7/62A

Application number: JP19930504247T 19930713

Priority number(s): WO1993GB01465 19930713; GB19920015791  
19920724

Also published as:

WO9402622 (A1)

EP0652969 (A1)

US5798440 (A1)

FI950284 (A)

EP0652969 (A0)

[more >>](#)

[Report a data error](#) [he](#)

Abstract not available for JP7509131T

Abstract of corresponding document: [US5798440](#)

PCT No. PCT/GB93/01465 Sec. 371 Date Jan. 24, 1995 Sec. 102(e) Date Jan. 24, 1995 PCT Filed Jul. 13, 1993 PCT Pub. No. WO94/02622 PCT Pub. Date Feb. 3, 1994Polyester particles in suspension in a liquid can be agglomerated below their melting points and the agglomerated particles are more easily filtered.

---

Data supplied from the [esp@cenet](#) database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) **公表特許公報 (A)**

(11)特許出願公表番号

特表平7-509131

第1部門第1区分

(43)公表日 平成7年(1995)10月12日

(51)Int.Cl.\*  
C 12 P 7/62  
C 08 G 63/89  
C 08 J 3/16  
/ C 08 L 67/00

識別記号 庁内整理番号 F I  
7432-4B  
7107-4J  
9350-4F

審査請求 未請求 予審査請求 有 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平6-504247  
(22)出願日 平成5年(1993)7月13日  
(35)翻訳文提出日 平成7年(1995)1月24日  
(66)国際出願番号 PCT/GB93/01465  
(87)国際公開番号 WO94/02622  
(87)国際公開日 平成6年(1994)2月3日  
(31)優先権主張番号 9215791.6  
(32)優先日 1992年7月24日  
(33)優先権主張国 イギリス (GB)

(71)出願人 ゼネカ・リミテッド  
イギリス国 ロンドン エスダブリュー1  
ピー 3ジェイエフ、ミルバンク 9、イ  
ンペリアル・ケミカル・ハウス (番地な  
し)  
(72)発明者 リッセル、ジョン・マクドナルド  
イギリス国クリーヴランド ティーエス16  
0ディーピー、ストックトン-オン-チ  
ィーズ、ヤーム・ロード 678  
(74)代理人 弁理士 湯浅 然三 (外6名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリマーの粒度を高める方法

(57)【要約】

液体に懸濁したポリエチレン粒子をそれらの融点より  
低い温度で凝集させることができ、凝集した粒子はより  
容易に漉過される。

## 請求の範囲

1. 液体培养液が微生物細胞に由する物質を含む場合にポリエチル以外の物質が少なくとも一部は化学的に分解されている液体培养液に懸濁したポリエチル粒子を凝集させる方法であって、該液体培养液を、80℃より高く、好ましくは90℃より高く、たとえば90℃より高く、好ましくは90℃より高い温度で、実質的な凝集が起こることに十分な時間保持することによる方法。

2. ポリエチルが微生物により生成されたものである、請求項1に記載の方法。

3. ポリエチルが、最高2.5%のヒドロキシ甘草酸誘導基を有し、該誘導基が実質的に全部ヒドロキシ誘導基である、ヒドロキシ誘導基およびヒドロキシ官能基のコポリマーである、請求項1または2に記載の方法。

4. 120-160℃の温度で実質的に、請求項3に記載の方法。

5. 実質的に全部ヒドロキシ誘導基を有する粒子を凝集させて、重量平均直径が少なくとも5μmである凝集粒子を生成する、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

6. 凝集体が10、7より高い多孔度を有する、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

7. 水蒸気条件下で実質的に、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

8. 加熱して他の液体細胞質に蒸気を直接注入することにより、または直接しながら加熱される、請求項7に記載の方法。

9. 凝集体が水を含む、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

10. 蒸発した粒子を液体細胞質から凝縮により分離する、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

11. 分離した凝集粒子を水を含む液体細胞質に再溶解することにより所定によりさらに濃縮し、およびまたは再溶解した状態で所定により化学的に処理し、それを粒子を回収する、請求項10に記載の方法。

## ポリマーの粒度を高める方法

ポリエチル系ポリマー、特に微生物が生成するものにおいては、取り扱いやすきにとってポリマーの粒度が小さすぎる場合がある:たとえば生産過程でそれらの粒子を液体細胞質から離脱することを必要とする場合がある。そのような分離は、粒子が小さい場合は粒子が大きい場合より困難である。

本発明では、液体細胞質に懸濁したポリエチル粒子を、液体細胞質が微生物細胞に由する物質を含む場合、温度を80℃より高く、好ましくは90℃より高い温度で、かつ示差熱重量測定により測定した該ポリエチルのビーク強度より好ましくは90-80℃低い、より好ましくは40-70℃低い温度で、実質的な凝集が起こることに十分な時間保持することにより高濃度を有する方法である。

本発明では、ポリエチル以外の物質が少なくとも一部は化学的に分解されている液体細胞質に懸濁したポリエチル粒子を、液体細胞質が微生物細胞に由する物質を含む場合、温度を80℃より高く、好ましくは90℃より高い温度で、たとえばヒドロキシアルカロイドのリマーやおよびポリマーは、液体細胞質に懸濁している場合にそれらのビーク強度より実質的に低い温度で外部外に送りかえ凝縮して、ほとんど分子量の低下なしに液体細胞質分離に好適な粒子を生成することを示出した。

本発明は、ポリエチル以外の物質が少なくとも一部は化学的に分解されている液体細胞質に懸濁したポリエチル粒子を、液体細胞質が微生物細胞に由する物質を含む場合、温度を80℃より高く、好ましくは90℃より高い温度で、たとえばヒドロキシアルカロイドのリマーやおよびポリマーは、液体細胞質に懸濁している場合にそれらのビーク強度より実質的に低い温度で外部外に送りかえ凝縮して、ほとんど分子量の低下なしに液体細胞質分離に好適な粒子を生成することを示出した。

ヒドロキシ誘導のポリマー、たとえば最高2.5%、たとえば5-20%のヒドロキシ官能基誘導基を有し、該誘導基は実質的にヒドロキシ誘導基誘導基である、ヒドロキシ誘導基およびヒドロキシ官能基誘導基のポリマーの場合は適切な温度は、1.2-1-160℃である。一方にこれらの材料につきかなりの量の濃度を1.0g/L、1分間で通過する。生成した大空泡粒子は液体の凝縮液の微細な凝集体である。微生物が生成したリマーやの場合は粒径は、通常は直徑1.1μmである(均等な容積の球体の直徑により評価した)。この場合、特にヒドロキシ誘導のポリマー、およびそれをヒドロキシ官能基のコポリマーの場合、この方法によりポリマー層の融合状態を形成して、水溶した過酸性および活性性を有えた。

## 柱下で実施しすることを見出した。

液体細胞質は水からなることが好ましい。これは実質かつ非公害性であり、かつ強めて有効だからである。

本実験結果は、このガラス柱直通2.0m×1、好ましくは4.0-1.30mmの内径で温度を実質化することを見出した。これらの柱より高い場合は液体が柱外の内孔を横穿するので、装置が実質的に非弾性となる場合がある。粒子なら可溶性の細胞質物質を洗い落しする可能性が凝縮プロセスによって過度に強化されることはない。

実験結果1: 柱強度によるポリヒドロキシ誘導基/ポリヒドロキシ官能基コポリマーの強度

アルカリガスのユートロフックス(Aliquat 336, eutrophus)に由来し、それに由来する細胞質物質2%を不純物として含有するポリヒドロキシ誘導基/ヒドロキシ官能基コポリマー(8%アルカリヒドロキシ誘導基、92%ヒドロキシ官能基)の水中における強度を、液体細胞質反応槽内で130℃に30分間加熱することにより評価された。得られた凝縮液濃度を、加圧濃度槽内に圧力2.5×10<sup>4</sup>PaにおいてGFCセルロスフィルター(公称ボアサイズ1.5ミクロン)により通過した。

表1に熱縮液濃度の前および後の濃縮液についての比較濃度データを、洗浄された濃縮液ポリマーの粒度および色に関するデータと共に示す。

## 表1

	重量平均 (ミクロン)	粒度 <sup>(1)</sup> (μm)	比重 <sup>(2)</sup> (D-1825-70)	重量平均 分子量 (K)
熱縮前	7.2	1	4.7(15)	3.77
熱縮後	3.46	1000	4.6(15)	3.02 (130, 20分)

高多孔度の、強烈的に強烈な凝集体を形成することができる。生成した凝集体は、重量平均直径少なくとも5μm、好ましくは100-1000μm、たとえば2.0-500μmをもつことが適切である。それらは、たとえば0.7-0.8、好ましくは0.5から0.6、5と高い多孔度をもつことが適切である。非純粋粒子と比較して、過濾速度は1.0-100m/h地元する(比ケーリング誘導性[specific cake resistance]にに基づく)。濃度は分離に対する影響の最小の状態で適切である。130℃において30分の蒸留時間で<3.0%の低下が達成され、1分では低下は見出されない。

粒子が微生物により生成されたポリエチルである場合、少なくともポリエチル粒子の熱抑制温度中で10%に増強しうるに十分な強度で、粒子を反り巻く強烈な微生物力を分離する必要があることは明確である。

本実験結果は意外にも、可溶性の微生物成分および分離生成物が存在してない状態を地元せることを見出した。基質に回収された粒子が微生物の物質またはその分解生成物で汚染されている場合は特に、それを微生物細胞質に再懸濁させ、およびまたはさらにそれを、たとえば化粧品処理などの後工程(たとえば開口時、たとえば強烈化水素による乾燥)が行われる前2段階細胞質処理して、粒子をこの強烈な細胞質から回収することが望ましいであろう。粒度を増大させたプロセスは、このプロセスのいかなる特徴で行うことができる。この工程は、実質的に微生物質を含まない、基質ポリマー中に含まれる物質を実質的に含めず、またはその液体と共に容易に分離する液体細胞質の存在下で実施しうる。

段階により、たとえば強烈化水素による乾燥が行われる前2段階細胞質処理後で、粒子に地元せることが適切である。

このプロセスは、蒸気を適切な温度および圧力で、流动している熱蒸気流に直接投入することにより実施しうる。これは、熱蒸気を連続的に凝縮せしめるといわれるも。しかし意外にも、このプロセスを可動部品、たとえば搅拌機の存

(1) マルバーン・レーザー分光計により測定  
 (2) 相対屈折率は比色計抵抗性に基づく  
 (3) 非極端の場合には遠心分離し、離心液により洗浄し、そして再度遠心分離した。  
 調査した場合のみ遠心し、離心液で洗浄した。

## 実験例2：高橋良の細胞膜の存在下での凝集

アルカリゲネス・ユートロファスに由来し、それに由来する可溶性物質5%を不純物として含むするP D B / V (ヒドロキシ酸素およびヒドロキシ酸草酸のコポリマー) (1.2モルヒドロキシ酸草酸、8.8モルヒドロキシ酸) の水中における熱凝集度、搅拌熱凝集度内で2.6°Cに2分間搅拌することにより凝集させた。精らした凝集熱凝集度を、加圧熱凝集度内で7000Paにおいて50°Cの温度により算出した。熱凝集を上記と同様に洗浄し、分析した。

表2

重量平均 粒度 <sup>(1)</sup> (ミクロン)	相対 粒度 <sup>(1)</sup> 速度 <sup>(1)</sup>	ポリマー 黄色度 <sup>(1)</sup> 速度 <sup>(1)</sup>
熱凝集前 1.0	1	45
熱凝集後 300	2500	54

## 実験例3：夏の直接注入による速効的な熱凝集

アルカリゲネス・ユートロファスに由来し、それに由来する可溶性物質0.13%ゲネス不純物として含むするP D B / V (セラヒドロキシ酸草酸) の水中における熱凝集度、搅拌熱凝集度内で蒸気の直接注入により速効的に熱凝集させた。温度を1.25°Cに設定し、搅拌時間は1分であり、乱流条件を維持して、下記の特性を得た。

表3

重量平均 粒度 <sup>(1)</sup> (ミクロン)	相対 粒度 <sup>(1)</sup> 速度 <sup>(1)</sup>	ポリマー 黄色度 <sup>(1)</sup> 速度 <sup>(1)</sup>	重量平均 分子量 (K)
熱凝集前 21.4	1	41	523
熱凝集後 250	2500	34	578

重要なプロセス洗浄が得られたことが認められ、黄色度試験はすべての例において不純物の完全な除去を示す。所定によりポリマーを再溶解して離心すると、または離心するときに洗浄して、所定により細胞物質をさらに除去することができる。より長い搅拌/搅拌条件、たとえば搅拌時間、デシケーター遠心機によって、細胞粒子についての高重力 (high g force) 遠心分離に由来する結果が得られた。

各ボリマー試料を挽き、170°Cで4分間熱加工。ASTM D 1923-7による黄色度試験によりポリマーの色を測定した。我らによると遠心分離と熱凝集、蒸気および洗浄法とを比較した場合、ポリマーの色に著しい作用は見られなかった。

補正書の翻訳大提出書  
(特許法第154条の8)

請求の範囲を以下のとおり盛し替える。

平成7年1月24日

特許庁長官 高橋 良 肇

## 1. 特許出願の表示

PCT/CB93/01465

## 2. 発明の名物

ポリマーの粒度を高める方法

## 3. 特許出願人

住 所 イギリス国 ロンドン エスダブリュー1 ビー 3 ジュイエフ,  
 ミルバンク 9, インペリアル・ケミカル・ハウス (香港なし)  
 名 称 ザネカ・リミテッド

## 4. 代理 人

住 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
 新大手町ビル 206号  
 電 話 3270-5641-5646  
 氏 名 (2770) 井澤士 誠 由 三

## 5. 特許の提出日

平成6年5月27日

## 6. 送付書類の目録

(1) 補正書の翻訳文

1通



特賽平7-509131 (4)

1.1. 分離した細菌粒子を水を含む装置に再懸濁させることにより所定により洗浄し、および／または再懸濁した状態で所定により化学的に処理し、そして粒子を回収する。  
請求項11に記載の方法

四 甲 丙 乙 丙 甲		Date Received by PCB/TSB 22/01/04	
Police Reference Date of Report (MM/DD/YY)	Police File Date (MM/DD/YY)	Police Audit Number	Police Audit Date (MM/DD/YY)
EP-I-04129042	08-04-02	AT-9 10-9 11-9 12-9 13-9	20512 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02 21-12-02
EP-I-0146325	24-02-02	JF-4	17174094 26-10-02

フロントページの続き

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE,  
DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M  
C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG  
, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG), AT, AU, BB, BG, BR, CA,  
CH, CZ, DE, DK, ES, FI, GB, HU, J  
P, KP, KR, KZ, LK, LU, MG, MN, MW  
, NL, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD,  
SE, SK, UA, US, VN

(72) 発明者 ショージ, ニール  
イギリス国クリーヴランド ティーエス17  
0ユーワイ, ストックトン-オン-ティ  
ーズ, イングルビー・パーク, ウエ  
ストワード・レーン 10